

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-172458

(43)Date of publication of application : 09.07.1993

(51)Int.Cl.

F25J 3/08  
B01D 53/36

(21)Application number : 03-343340

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(22)Date of filing : 25.12.1991

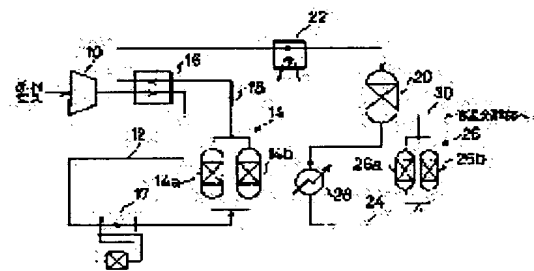
(72)Inventor : AYUHARA TOSHIYUKI  
OYAMA TAKASHI  
FUJITA HIDETO  
TANAKA MASAYUKI

## (54) IMPURITY REMOVING DEVICE FOR AIR SEPARATING DEVICE

## (57)Abstract:

PURPOSE: To manufacture the ultra-high purity nitrogen by a method wherein carbon monoxide and hydrogen in raw material air are removed at a high level, in an air separating device.

CONSTITUTION: An impurity removing device comprises a catalyst tower 20 to promote oxidation of carbon monoxide and hydrogen in raw material air and raw material air passages 12, 18, 24, and 34 through which raw material air flows to the catalyst tower 10. An adsorbing unit 14 to adsorb and remove hydrocarbon, carbon dioxide, and water which produce catalyst poison, from the raw material air is arranged at a position upstream of the catalyst tower 20.



(51)Int.Cl.<sup>5</sup>識別記号 庁内整理番号 F I 技術表示箇所  
F 2 5 J 3/08 8925－4D  
B 0 1 D 53/36 1 0 4 Z 9042－4D

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全 8 頁)

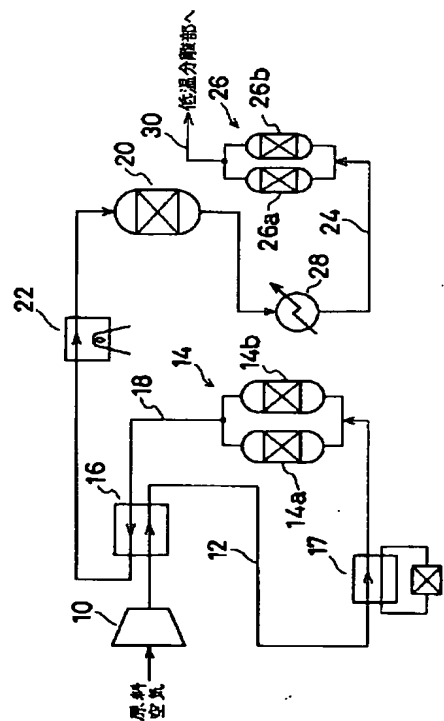
(21)出願番号	特願平3－343340	(71)出願人	000001199 株式会社神戸製鋼所 兵庫県神戸市中央区脇浜町 1 丁目 3 番18号
(22)出願日	平成 3 年(1991)12月25日	(72)発明者	鮎原 俊行 神戸市灘区新在家南町 2－2－5
		(72)発明者	大山 隆司 神戸市垂水区福田 2－2－8
		(72)発明者	藤田 秀人 兵庫県西宮市段上町 3 丁目 8－20
		(72)発明者	田中 正幸 兵庫県宝塚市中山桜台 6 丁目15－1
		(74)代理人	弁理士 小谷 悦司 (外 3 名)

(54)【発明の名称】 空気分離装置における不純物除去装置

(57)【要約】

【目的】 空気分離装置において、原料空気中の一酸化炭素及び水素を高レベルで除去することにより、超高純度窒素の製造を可能にする。

【構成】 原料空気中の一酸化炭素及び水素の酸化を促進させる触媒塔 2 0 と、この触媒塔 2 0 に原料空気を通す原料空気通路 1 2、1 8、2 4、3 4 とを備えた不純物除去装置。上記触媒塔 2 0 よりも上流側の位置に、上記原料空気中から上記触媒塔 2 0 の触媒毒となる炭化水素と二酸化炭素と水とを吸着除去する吸着ユニット 1 4 を配置する。



**【特許請求の範囲】**

**【請求項 1】** 空気分離装置に設けられ、その低温分離部に導入される前の原料空気から不純物を除去するための装置であって、上記原料空気中の一酸化炭素及び水素の酸化を促進させる触媒装置と、この触媒装置に原料空気を通して上記低温分離部へ導く原料空気通路とを備え、るとともに、この原料空気通路において上記触媒装置よりも上流側の位置に、上記原料空気中から上記触媒装置の触媒毒となる炭化水素と二酸化炭素と水とを吸着除去する吸着装置を設けたことを特徴とする空気分離装置における不純物除去装置。

**【請求項 2】** 請求項 1 記載の空気分離装置における不純物除去装置において、上記触媒装置と低温分離部との間に、原料空気中から二酸化炭素と水とを吸着除去し、かつその吸着容量が上記吸着装置の吸着容量よりも小さい副吸着装置を設けたことを特徴とする空気分離装置における不純物除去装置。

**【請求項 3】** 請求項 1 記載の空気分離装置における不純物除去装置において、上記吸着装置に 3 つ以上の吸着塔を設け、各吸着塔の入口側に原料空気を導入するための第 1 の原料空気通路と、各吸着塔の出口側を上記触媒装置の入口側に接続する第 2 の原料空気通路と、上記触媒装置の出口側を各吸着塔の入口側に接続する第 3 の原料空気通路と、各吸着塔の出口側を上記低温分離部に接続する第 4 の原料空気通路とを備え、るとともに、各吸着塔を、この吸着塔に上記第 1 の原料空気通路から原料空気が流入して上記第 2 の原料空気通路に流出する第 1 の使用状態と、上記吸着塔に第 3 の原料空気通路から原料空気が流入して上記第 4 の原料空気通路に流出する第 2 の使用状態と、再生状態とに切替える流路切換手段を備えたことを特徴とする空気分離装置における不純物除去装置。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

**【産業上の利用分野】** 本発明は、半導体製造用窒素等を製造するための空気分離装置において、その低温分離部に原料空気を導入する前に、予めこの原料空気から一酸化炭素や水素等の不純物を除去しておくための装置に関するものである。

**【0002】**

**【従来の技術】** 一般に、原料空気から窒素を分離する窒素製造装置や空気分離装置は、保冷箱内に主熱交換器や精留塔が設置された低温分離部を備えており、この低温分離部に外部から原料空気が導入されることにより、窒素等の精製が行われるようになっている。

**【0003】** ところで、近年、半導体製造の活発化に伴い、超高純度窒素の需要が急速に高まっている。このような超高純度窒素を上記空気分離装置によって得ようとするには、その低温分離部に原料空気を導入する前に、この原料空気から予め一酸化炭素や水素といった不純物

を除去しておく必要がある。

**【0004】** 従来、このような不純物を除去する手段としては、上記原料空気を白金系触媒やパラジウム系触媒等に通し、ここで一酸化炭素及び水素の酸化を促進してこれらを二酸化炭素及び水に変換するといったことが行われている（例えば 1988 年 10 月発行の日経マイクロデバイス別冊 No. 2 「超クリーン技術」参照。）。

**【0005】** このような操作を行うための装置の一例を図 3 に示す。図において、圧縮機 100 により圧縮された原料空気は、熱交換器 102 で予熱され、さらに電気ヒータ 104 で加熱された後、触媒塔 106 へ導入される。この触媒塔 106 では、一酸化炭素及び水の酸化反応（燃焼反応）、すなわち、 $2CO + O_2 \rightarrow 2CO_2$ 、及び  $2H_2 + O_2 \rightarrow 2H_2O$  といった反応が促進され、これにより、原料空気中の一酸化炭素及び水素は、それぞれ二酸化炭素及び水に変換される。

**【0006】** その後、原料空気は、上記熱交換器 102、水冷却器 108、さらにはフロン冷凍機 110 で冷却され、モレキュラシーブ等の吸着剤を収容した吸着ユニット 112 へ導入される。この吸着ユニット 112 において、上記原料空気中に含まれる二酸化炭素及び水が吸着除去され、残りの原料空気は、主熱交換器や精留塔等を備えた図外の低温分離部へ導入される。

**【0007】** すなわち、この装置では、まず触媒塔 106 によって原料空気中の一酸化炭素及び水素が除去され、その後に吸着ユニット 112 によって二酸化炭素及び水が除去されるようになっている。

**【0008】**

**【発明が解決しようとする課題】** 近年、半導体の集積度の向上が大きな課題とされているが、これに伴って窒素の純度も極めて高いレベルのものが要求されている。例えば、64MB のメモリが得られる程度まで半導体の集積度を向上させようとするには、その製造に使用される窒素中の一酸化炭素及び水素の濃度を 1ppb レベルまで下げる必要がある。

**【0009】** しかしながら、前記図 3 に示した従来装置では、原料空気中の一酸化炭素及び水素の濃度を約 10ppb レベルまでしか下げることができず、よって半導体の高集積化への対応が困難な状況となっている。その主な理由としては、① 原料空気中に含まれる炭化水素分が触媒塔 106 における触媒毒となり、触媒の性能を比較的短時間で劣化させてしまうこと、② 原料空気中の二酸化炭素濃度及び水分濃度が高いため、その分、一酸化炭素及び水素の酸化反応（ $2CO + O_2 \rightarrow 2CO_2$ 、及び  $2H_2 + O_2 \rightarrow 2H_2O$ ）が抑制されてしまうこと、が挙げられる。

**【0010】** 本発明は、このような事情に鑑み、空気分離装置において、原料空気中の一酸化炭素及び水素を高レベルで除去することにより、超高純度窒素の製造を可能にすることができる装置を提供することを目的とす

る。

#### 【0011】

【課題を解決するための手段】本発明は、空気分離装置に設けられ、その低温分離部に導入される前の原料空気から不純物を除去するための装置であって、上記原料空気中の一酸化炭素及び水素の酸化を促進させる触媒装置と、この触媒装置に原料空気を通して上記低温分離部へ導く原料空気通路とを備えたとともに、この原料空気通路において上記触媒装置よりも上流側の位置に、上記原料空気中から上記触媒装置の触媒毒となる炭化水素と二酸化炭素と水とを吸着除去する吸着装置を設けたものである（請求項1）。

【0012】さらに、上記触媒装置と低温分離部との間に、原料空気中から二酸化炭素と水とを吸着除去し、かつその吸着容量が上記吸着装置の吸着容量よりも小さい副吸着装置を設けたり（請求項2）、上記吸着装置に3つ以上の吸着塔を設け、各吸着塔の入口側に原料空気を導入するための第1の原料空気通路と、各吸着塔の出口側を上記触媒装置の入口側に接続する第2の原料空気通路と、上記触媒装置の出口側を各吸着塔の入口側に接続する第3の原料空気通路と、各吸着塔の出口側を上記低温分離部に接続する第4の原料空気通路とを備えたとともに、各吸着塔を、この吸着塔に上記第1の原料空気通路から原料空気が流入して上記第2の原料空気通路に流出する第1の使用状態と、上記吸着塔に第3の原料空気通路から原料空気が流入して上記第4の原料空気通路に流出する第2の使用状態と、再生状態とに切換える流路切換手段を備えたりする（請求項3）ことにより、後述のようなより優れた効果が得られる。

#### 【0013】

【作用】まず、請求項1記載の装置によれば、原料空気が触媒装置に導入される前に、この触媒装置の触媒毒となる炭化水素が予め吸着装置において原料空気中から除去されるため、その後、原料空気が触媒装置に導入された際の触媒装置の劣化が抑えられる。また、上記吸着装置において二酸化炭素及び水も吸着除去され、原料空気中の二酸化炭素濃度及び水分濃度が著しく低減した状態で原料空気が触媒装置に導入されるため、この触媒装置において一酸化炭素及び水素の酸化反応（ $2CO + O_2 \rightarrow 2CO_2$ 、及び  $2H_2 + O_2 \rightarrow 2H_2O$ ）がさらに促進され、これにより一酸化炭素濃度及び水素濃度は大幅に軽減される。従って、この原料空気が低温分離部に導入されることにより、極めて純度の高い製品窒素が製造されることとなる。

【0014】なお、上記酸化反応により新たに二酸化炭素及び水が発生し、原料空気中に混在することになるが、これら二酸化炭素及び水の生成量は微量であり、しかもこれらは沸点が高くて低温分離部で確実に空気から分離されるため、その除去は必ずしも必要ではない。ただし、低温分離部で長時間の運転が行われると、上記二

酸化炭素や水が主熱交換器の通路内等で凍結し、ガスの良好な流通を妨げるおそれがあるので、請求項2記載の装置のように、触媒装置と低温分離部との間に副吸着装置を設け、原料空気を触媒装置に通してから低温分離部に導入するまでの間に、上記二酸化炭素及び水を再吸着除去することが好ましい。この場合、上述のように二酸化炭素及び水の量は微量であるため、副吸着装置には前記吸着装置よりも吸着容量の低い小規模の装置を用いることが可能である。

10 【0015】また、請求項3記載の装置によれば、吸着装置における各吸着塔の状態切換によって、触媒装置導入前における原料空気からの不純物除去、及び触媒装置通過後の不純物除去の双方を単一の吸着装置で連続的に行うことができる。

20 【0016】例えば、最初の段階では第1の吸着塔を第1の使用状態、すなわち、この吸着塔に上記第1の原料空気通路から原料空気が流入して上記第2の原料空気通路に流出する状態に切換え、第2の吸着塔を第2の使用状態、すなわち、この吸着塔に第3の原料空気通路から原料空気が流入して上記第4の原料空気通路に流出する状態に切換え、第3の吸着塔を再生状態に切換えることにより、触媒装置前後における不純物除去を同時に行うことができる。

30 【0017】その後、第1の吸着塔については再生状態、第2の使用状態、第1の使用状態…の順に切換え、第2の吸着塔については第1の使用状態、再生状態、第2の使用状態…の順に切換え、第3の吸着塔については第2の使用状態、第1の使用状態、再生状態…の順に切換えていくことにより、これら3つの吸着塔を用いて、間に再生操作を適当に挟みながら、吸着除去操作を続行させることができる。

【0018】ここで、各状態の切換については、第2の使用状態、第1の使用状態、再生状態、第2の使用状態、…の順に行うことが望ましい。なぜならば、第2の使用状態で吸着塔が吸着する二酸化炭素量及び水分量は僅かであるため、この第2の使用状態からそのまま第1の使用状態に移行することは可能であるが、この第1の使用状態では比較的多量の不純物を吸着するため、次の吸着を行うには再生工程に移る必要があるからである。

#### 【0019】

【実施例】本発明の第1実施例を図1に基づいて説明する。

50 【0020】ここに示す装置は、原料空気から窒素や酸素、アルゴン等を分離する空気分離装置において、その低温分離部（すなわち主熱交換器や精留塔が収容された保冷箱）に原料空気を導入する前に、この原料空気から予め一酸化炭素や水素といった不純物を除去するための装置を示したものである。なお、上記低温分離部については、通常知られている空気分離装置のそれと同等であるため、その図示を省略する。

【0021】図において、10は原料空気を圧縮する圧縮機であり、この圧縮機10は第1の原料空気通路12を介して吸着ユニット（吸着装置）14の入口側に接続され、第1の原料空気通路12の途中には熱交換器16及びフロン冷凍機17が設けられている。

【0022】吸着ユニット14は、互いに並列に配された2つの吸着塔14a、14bを備え、これらの吸着塔14a、14b内には、後述の触媒塔20において触媒毒となる炭化水素(C<sub>m</sub>H<sub>n</sub>)と、二酸化炭素と、水とを除去するための吸着剤が充填されている。この吸着剤としては、モレキュラシーブやアルミナゲル（温度スイング吸着を行う場合）、あるいは合成ゼオライト（圧力スイング吸着を行う場合）等が好適であるが、その種類は特に問わない。各吸着塔14a、14bの入口側及び出口側にはそれぞれ図外の弁が設けられており、一方の吸着塔14aにおいて吸着工程が行われる間に、他方の吸着塔14bにおいて図外の手段により再生工程が行われるようになっている。

【0023】上記吸着ユニット14は、第2の原料空気通路18を介して触媒塔20の入口側に接続されている。上記第2の原料空気通路18の途中には、上記熱交換器16及び電気ヒータ22が設けられており、熱交換器16において、第1の原料空気通路12を通る原料空気と第2の原料空気通路18を通る原料空気との間で熱交換が行われるようになっている。

【0024】上記触媒塔20内には、原料空気中の一酸化炭素の酸化反応（燃焼反応）、すなわち、 $2CO + O_2 \rightarrow 2CO_2$ という反応を促進させる触媒（例えば白金系触媒）と、原料空気中の水素の酸化反応（燃焼反応）、すなわち  $2H_2 + O_2 \rightarrow 2H_2O$ という反応を促進させる触媒（例えばパラジウム系触媒）が充填されている。

【0025】この触媒塔20の出口側は、第3の原料空気通路24を介して副吸着ユニット（副吸着装置）26の入口側に接続され、第3の原料空気通路24の途中には、水冷却器28が設けられている。

【0026】副吸着ユニット26は、上記吸着ユニット14と同様に、互いに並列に配された2つの吸着塔26a、26bを備えている。両吸着塔26a、26bには、原料空気中の二酸化炭素及び水を吸着除去するための吸着剤が充填されており、その吸着容量は上記吸着ユニット14における各吸着塔14a、14bの吸着容量よりも小さく設定されている。具体的には、後述のように触媒塔20における酸化反応で生じる二酸化炭素や水を吸着除去するのに十分な程度の吸着容量に設定されている。

【0027】この副吸着ユニット26も、上記吸着ユニット14と同様、一方の吸着塔で吸着工程が行われる間に、他方の吸着塔で再生工程が行われるようになっている。そして、各吸着塔26a、26bの出口側が第4の原料空気通路30を介して図外の低温分離部に接続され

るようになっている。

【0028】次に、この装置の作用を説明する。

【0029】まず、圧縮機10で圧縮された原料空気は、熱交換器16で予冷され、さらにフロン冷凍機17で冷却された後、吸着ユニット14の吸着塔14a（または14b）内に導入される。ここで、原料空気中に含まれる所定の炭化水素、すなわち、触媒塔20において触媒毒となり得る炭化水素が吸着除去されるとともに、二酸化炭素及び水も吸着除去される。

10 【0030】このようにして、上記炭化水素等の濃度が低減した原料空気は、熱交換器16及び電気ヒータ22で加熱された後、触媒塔20内に導入される。この触媒塔20内において、原料空気中に含まれる一酸化炭素及び水素の酸化反応が促進されることにより、これらはそれぞれ二酸化炭素及び水となって原料空気から分離され、除去される。

20 【0031】ここで、触媒塔20に導入される原料空気中からは、既に、触媒毒となり得る炭化水素が除去されているので、従来装置に比べて触媒塔20における触媒の劣化が著しく抑えられ、これにより触媒塔20の寿命が延長されるとともに、一酸化炭素及び水の酸化反応がより促進される。しかも、上記原料空気中からは、一酸化炭素及び水素の酸化反応の反応生成物である二酸化炭素及び水も予め除去されているので、上記酸化反応はより促進されることとなる。よって、この触媒塔20を通過する原料空気の一酸化炭素濃度及び水素濃度は極めて低い値、具体的には1ppbレベルまで削減することが可能となる。

30 【0032】この触媒塔20から排出された原料空気は、水冷却器28で冷却された後、副吸着ユニット26の吸着塔26a（または26b）に導入される。この吸着ユニット26により、上記触媒塔20における酸化反応で生成された微量の二酸化炭素及び水が再び吸着除去される。このようにして各不純物の濃度が下げられた原料空気は、第4の原料空気通路30を通じて低温分離部へ導入され、この低温分離部において上記原料空気から窒素等が精製される。

40 【0033】以上のように、この装置では、従来のように触媒塔に原料空気を通してから二酸化炭素及び水を吸着除去するのではなく、触媒塔20よりも上流側の位置に吸着ユニット14を配置し、この吸着ユニット14で二酸化炭素や水、さらには触媒毒である炭化水素を予め除去した後に上記触媒塔20へ原料空気を導入するようになっているので、従来装置に比べ、触媒塔20における一酸化炭素及び水素の酸化反応をより促進することができる。このため、低温分離部へ導入される原料空気中の一酸化炭素濃度及び水素濃度を大幅に低減させることができ、これによって超高純度窒素の製造を実現することができる。

50 【0034】さらに、この実施例では、触媒塔20を通

過した原料空気を副吸着ユニット 26 に通し、触媒塔 20 における反応で生成された二酸化炭素及び水を再吸着除去するようにしているので、低温分離部における二酸化炭素や水の凍結をより確実に防ぐことができる。しかも、触媒塔 20 で発生する二酸化炭素及び水の量は、当初、原料空気に含まれている二酸化炭素や水の量に比べて極めて少ないので、副吸着ユニット 26 の吸着塔 26 a, 26 b には吸着ユニット 14 における吸着塔 14 a, 14 b よりも小規模のものをを用いることができ、よって、多大なコストの増大を伴うことなく上記効果を得ることができる。

【0035】次に、第 2 実施例を図 2 に基づいて説明する。

【0036】ここでは、上記第 1 実施例における吸着ユニット 14 及び副吸着ユニット 26 に代え、3 つの吸着塔 32 a, 32 b, 32 c をもつ吸着ユニット 32 を設置し、この単一の吸着ユニット 32 によって、触媒塔導入前の原料空気からの不純物除去、及び触媒塔通過後の原料空気からの不純物除去の双方を行うようにしている。

【0037】具体的に、各吸着塔 32 a, 32 b, 32 c の入口側は、それぞれ弁（流路切換手段を構成）34 a, 34 b, 34 c 及び共通の第 1 の原料空気通路 12 を介して圧縮機 10 の出口側に接続されるとともに、弁 36 a, 36 b, 36 c（流路切換手段を構成）及び共通の第 3 の原料空気通路 24 を介して触媒塔 20 の出口側に接続されている。また、各吸着塔 32 a, 32 b, 32 c の出口側は、それぞれ弁（流路切換手段を構成）38 a, 38 b, 38 c 及び共通の第 2 の原料空気通路 18 を介して触媒塔 20 の入口側に接続されるとともに、弁 40 a, 40 b, 40 c（流路切換手段を構成）及び共通の第 4 の原料空気通路 30 を介して図外の低温分離部に接続されている。

【0038】次に、この装置による一酸化炭素及び水素の除去要領の一例を説明する。

【0039】まず、各弁のうち弁 34 a, 36 b, 38 a, 40 b のみを開くとともに、吸着塔 32 c 内には図外の手段を用いて再生用ガスを通す。これにより、圧縮機 10 で圧縮された原料空気は第 1 の原料空気通路 12 を通じて吸着塔 32 a 内に導入され、ここで原料空気中の炭化水素、二酸化炭素、及び水が除去された後、残りの原料空気が第 2 の原料空気通路 18 を通じて触媒塔 20 に導入される。そして、この触媒塔 20 における酸化反応で原料空気中の一酸化炭素及び水素が除去された後、その生成物である微量の二酸化炭素及び水を含んだ原料空気が第 3 の原料空気通路 24 を通じて吸着塔 32 b 内に導入され、この吸着塔 32 b で上記微量の二酸化炭素及び水が吸着除去された後に、残りの原料空気が第 4 の原料空気通路 30 を通じて図外の低温分離部へ導入される。この間、吸着塔 32 c においては、再生ガスに

よる再生工程が行われる。

【0040】次に、上記吸着塔 32 a がほぼ破過した時点で、上記弁 34 a, 36 b, 38 a, 40 b を閉じるとともに、弁 34 b, 36 c, 38 b, 40 c を開き、かつ、吸着塔 32 a 内に再生用ガスを通す。これにより、圧縮機 10 で圧縮された原料空気は第 1 の原料空気通路 12 を通じて今度は吸着塔 32 b 内に導入され、その後、第 2 の原料空気通路 18、触媒塔 20、及び第 3 の原料空気通路 24 を経て吸着塔 32 c 内に導入される。この間、吸着塔 32 a において再生工程が行われる。すなわち、上記各弁の開閉切換により、吸着塔 32 a は圧縮機 10 からの原料空気が導入される状態（第 1 の使用状態）から再生状態に切換えられ、同様に、吸着塔 32 b は触媒塔 20 からの原料空気が導入される状態（第 2 の使用状態）から上記第 1 の使用状態に切換えられ、吸着塔 32 c は再生状態から上記第 2 の使用状態に切換えられることとなる。

【0041】上記吸着塔 32 b がほぼ破過した後は、上記弁 34 b, 36 c, 38 b, 40 c を閉じるとともに、弁 34 c, 36 a, 38 c, 40 a を開き、かつ、吸着塔 32 b 内に再生用ガスを通すようにすればよい。これにより、吸着塔 32 a は上記再生状態から第 2 の使用状態に切換えられ、吸着塔 32 b は上記第 1 の使用状態から再生状態に切換えられ、吸着塔 32 c は上記第 2 の使用状態から第 1 の使用状態に切換えられることとなる。以下、このような切換を繰り返すことにより、3 つの吸着塔 32 a, 32 b, 32 c を用いて、触媒塔 20 に導入する前の一酸化炭素及び水素の除去、触媒塔 20 通過後の一酸化炭素及び水素の除去、及び各吸着塔の再生工程を連続的に効率良く行うことができる。

【0042】ここで、各吸着塔の状態切換は、第 2 の使用状態、第 1 の使用状態、再生状態、第 2 の使用状態、…の順に行うことが肝要である。なぜならば、第 2 の使用状態では、触媒塔 20 で生成された微量の二酸化炭素及び水を吸着するだけであるので、そのまま続けて第 1 の使用状態に移行することができるのに対し、第 1 の使用状態では、元来原料空気に含まれている比較的多量の二酸化炭素、水、及び炭化水素を吸着除去するので、その後、再生操作が必要だからである。

【0043】すなわち、この装置は、触媒塔通過後の原料空気から二酸化炭素及び水を吸着除去する量が微量であることに着目し、各吸着塔を第 2 の使用状態、第 1 の使用状態、再生状態、第 2 の使用状態、…の順に切換えることにより、触媒塔 20 の前後における一酸化炭素及び水素の除去を単一の吸着ユニット 32 で効率良く行うことを可能にしたものであるといえる。

【0044】なお、前記第 1 実施例では、吸着ユニット 14 及び副吸着ユニット 26 において、2 つの吸着塔を備えたものを示したが、吸着塔の具体的な数は問わず、用途に応じて適宜設定すればよい。また、第 2 実施例に

おける吸着ユニット 32 においては、吸着塔の数は 3 つ以上の範囲で適宜設定することが可能である。

#### 【0045】

【発明の効果】 以上のように本発明は、従来のように触媒装置に原料空気を通してから二酸化炭素及び水を吸着除去するのではなく、触媒装置よりも上流側の位置に吸着装置を配置し、この吸着装置で二酸化炭素や水、さらには上記触媒装置で触媒毒となり得る成分を予め除去した後には上記触媒装置へ原料空気を導入するようにしているので、触媒装置における一酸化炭素及び水素の酸化反応を従来に比して著しく促進することができ、これにより、低温分離部へ導入される原料空気中の一酸化炭素濃度及び水素濃度を大幅に低減させ、もって超高純度窒素の製造を実現することができる効果がある。

【0046】 さらに、請求項 2 記載の装置では、触媒装置を通過した原料空気を副吸着装置に通し、触媒装置における反応で生成された二酸化炭素及び水を再吸着除去するようにしているので、低温分離部における二酸化炭素や水の凍結をより確実に防ぐことができる。しかも、触媒装置で発生する二酸化炭素及び水の量は、当初、原料空気に含まれている二酸化炭素や水の量に比べて極めて少なく、副吸着装置は上記吸着塔よりも吸着容量の小さい小規模のものを使用することができるので、多大なコストの増大を伴うことなく、上記効果を得ることができる。

【0047】 また、請求項 3 記載の装置は、3 つ以上の吸着塔をもつ吸着装置を備えとともに、各吸着塔を、この吸着塔に触媒装置導入前の原料空気が導入される第 1 の使用状態と、触媒装置通過後の原料空気が導入され

る第 2 の使用状態と、再生状態とに切換える流路切換手段を備えたものであるので、各吸着塔を第 2 の使用状態、第 1 の使用状態、再生状態の順に互いに位相をずらしながら切換えることにより、複数の吸着装置を用いることなく、単一の吸着装置によって触媒装置前後における一酸化炭素及び水素の除去を効率良く行うことができ、これによりコストの削減を図ることができる効果がある。

#### 【図面の簡単な説明】

10 【図 1】 本発明の第 1 実施例における空気分離装置の不純物除去装置を示すフローシートである。

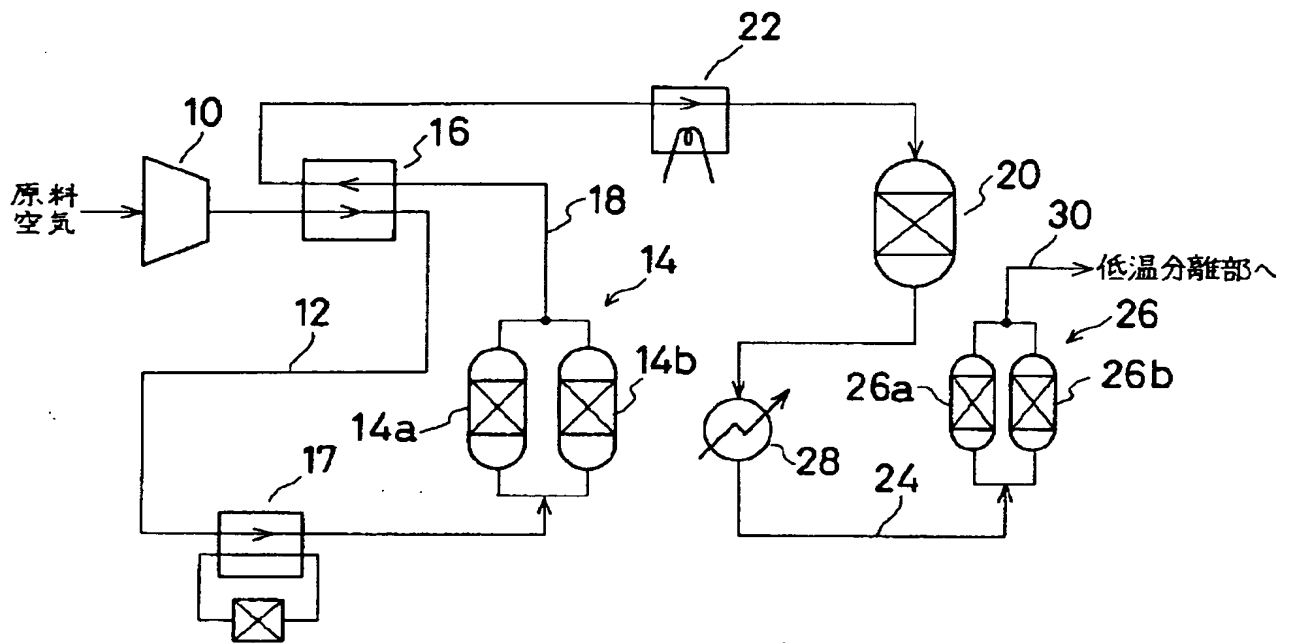
【図 2】 第 2 実施例における空気分離装置の不純物除去装置を示すフローシートである。

【図 3】 従来の空気分離装置の不純物除去装置の一例を示すフローシートである。

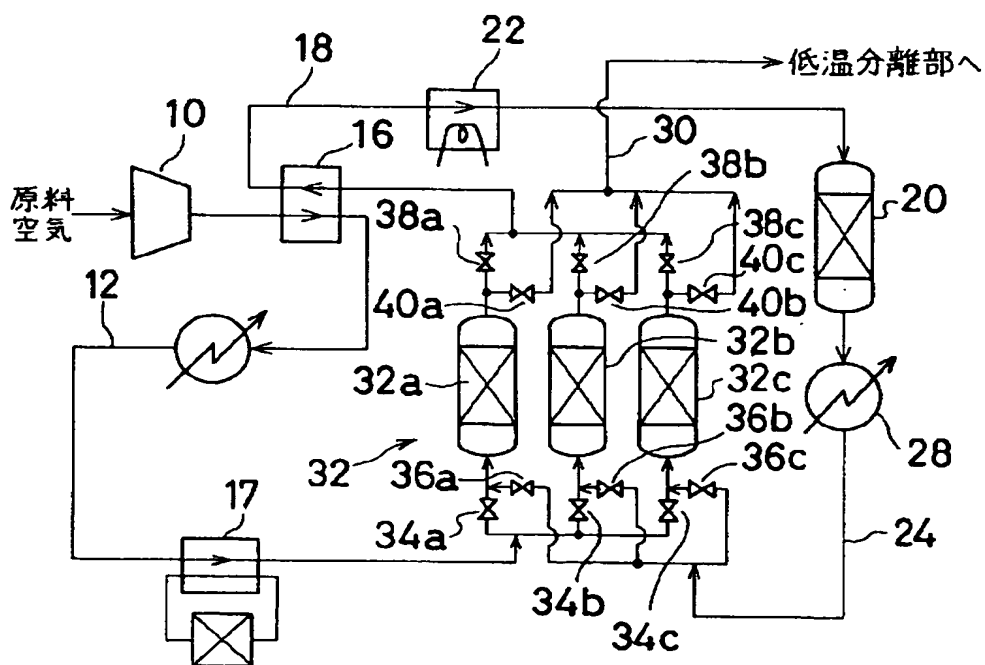
#### 【符号の説明】

- 12 第 1 の原料空気通路
- 14 吸着ユニット (吸着装置)
- 18 第 2 の原料空気通路
- 20 触媒塔 (触媒装置)
- 24 第 3 の原料空気通路
- 26 副吸着ユニット (副吸着装置)
- 30 第 4 の原料空気通路
- 32 吸着ユニット (吸着装置)
- 32 a, 32 b, 32 c 吸着塔
- 34 a, 34 b, 34 c, 36 a, 36 b, 36 c, 38 a, 38 b, 38 c, 40 a, 40 b, 40 c 弁
- (流路切換手段)

【図1】



【図2】





【図 3】

